



CONFÉDÉRATION SUISSE

BUREAU FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

Classification Internationale: C 08 g 47/02

Numéro de la demande: 4476/71
[Demande scindée de No 6178/69]
Date de dépôt: 23 avril 1969, 18 h
Priorité: France, 24 avril 1968 (149349)

Brevet délivré le 30 septembre 1971
Exposé d'invention publié le 15 novembre 1971

N

BREVET PRINCIPAL

Rhône-Poulenc S. A., Paris (France)

Procédé de préparation d'une composition organopolysiloxanique

Jacques Proriot et Daniel Semanaz, Lyon (France), sont mentionnés comme étant les inventeurs

1

La présente invention a pour objet un procédé de préparation de compositions organopolysiloxaniques vulcanisables à chaud en élastomères microcellulaires auto-adhérents, les élastomères vulcanisés en résultant et l'emploi de ces élastomères.

On a déjà décrit (brevets français 1 204 897, 1 205 990 et 1 238 946 par exemple) des élastomères fusibles, auto-adhérents, préparés à partir de compositions organosiliciques durcissables à chaud, renfermant un dérivé du bore ou le produit de réaction d'un dérivé du bore avec un organopolysiloxane. Ces élastomères, lorsqu'ils sont enroulés à recouvrement partiel sur un conducteur, se soudent à eux-mêmes au bout d'un certain temps, qui peut aller de quelques dizaines de minutes à quelques heures. Au bout de ce temps, les parties superposées des rubans d'élastomères se soudent et l'enroulement devient un manchon continu. Cette propriété d'auto-adhésion permet d'utiliser de tels élastomères pour former des isolants électriques par simple enroulement autour de conducteurs, ainsi que pour la réparation de tuyaux, durits et conduits de toute nature. Toutefois, tant que la fusion des diverses couches de ruban n'est pas réalisée, de tels enroulements sont susceptibles de se défaire, sous l'effet de frottements ou trépidations par exemple.

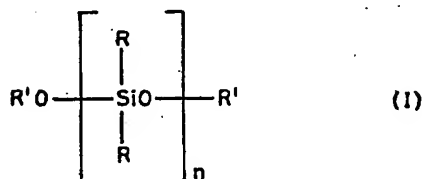
Par ailleurs, on sait que de tels élastomères auto-adhérents adhèrent peu ou n'adhèrent pas sur d'autres matériaux (brevet français 1 204 897) et, en particulier, qu'ils présentent vis à vis des élastomères silicones usuels une adhérence faible qui ne résiste pas à des efforts de décollement un peu importants. Cet inconvénient élimine pratiquement leur emploi pour la réalisation d'assemblages entre élastomères organosiliciques de types semblables ou différents et pour la fixation sur la surface de ces élastomères d'éléments métalliques, par exemple des électrodes ou des poignées. Pour cette raison actuellement la technique utilisée pratiquement pour fixer des électrodes sur des élastomères conducteurs en vue de la réalisation d'éléments de chauffage consiste àagrafer ou à coudre ces électrodes

2

(brevet français 1 436 366 par exemple) ce qui ne constitue pas le moyen le plus avantageux. On a également proposé de coller les électrodes au moyen d'une composition organosilicique vulcanisable à température ambiante mais ce collage est souvent insuffisant et il est souhaitable de fixer auparavant d'électrode sur le support par d'autres moyens, par exemple ceux décrits dans le brevet anglais 1 040 871 (page 2, lignes 32 à 39).

Les compositions organopolysiloxaniques préparées par le procédé selon l'invention comprennent (les parties étant en poids):

a) 100 parties d'une gomme diorganopolysiloxanique de formule



dans laquelle les symboles R, identiques ou différents, représentent des radicaux hydrocarbonés, monovalents, éventuellement substitués; les symboles R', identiques ou différents, représentent de l'hydrogène ou un groupe Si(R)₃; n représente un nombre entier de 1000 à 20 000; en outre 60% au moins de la totalité des symboles R sont des radicaux méthyle et 0,03% à 2% sont des radicaux vinyle;

b) 4 à 12 parties d'une gomme organopolysiloxanique sous la forme d'un mastic rebondissant formée par mise en contact à chaud d'un dérivé oxygéné du bore avec un organopolysiloxane fluide de viscosité 3 à

1000 centipoises à 25° C, ayant 1,9 à 2 groupes organiques par atome de silicium, les proportions en présence étant d'un atome-gramme de bore contenu dans le dérivé oxygéné du bore pour 500 à 1500 g de l'organopolysiloxane liquide;

- c) 0,5 à 10 parties d'agents porogènes;
- d) 20 à 90 parties de charges;
- e) 1 à 6 parties de peroxydes organiques;
- f) éventuellement, jusqu'à 5 parties d'agents plastifiants.

La gomme diorganopolysiloxanique a) peut être terminée à chaque extrémité de sa chaîne par un groupe hydroxyle, triorganosiloxyle ou avoir un groupe triorganosiloxyle à une extrémité et un groupe hydroxyle à l'autre. De préférence, on utilise une gomme dans laquelle la valeur de n et la nature des radicaux R soient telles que la viscosité se situe entre 2×10^6 et 10^8 cPo à 25° C. A titre indicatif, les radicaux R peuvent être des radicaux alcoyle ayant 1 à 3 atomes de carbone tels que méthyle, éthyle, propyle; des radicaux alcoyle substitués par des atomes d'halogène ou un groupe cyano tel que trifluoro-3,3,3 propyle, β -cyanoéthyle, γ -cyanopropyle; le radical vinyle; le radical difluoro-2,2 cyclopropyle et le radical phényle substitué ou non par des atomes d'halogène. La préparation de ces gommes diorganopolysiloxaniques est décrite dans divers brevets, par exemple les brevets français 1 329 088, 1 382 285 et 1 451 269.

La gomme organopolysiloxanique sous la forme d'un mastic rebondissant b) est préparée par chauffage d'un dérivé oxygéné du bore tel que l'anhydride borique, les acides boriques et leurs esters avec un organopolysiloxane liquide jusqu'à obtention d'une masse plastique et rebondissante, mais cependant friable. L'organopolysiloxane liquide peut être préparé par hydrolyse et condensation d'un diorganodichlorosilane renfermant une faible proportion d'un organotrichlorosilane et éventuellement d'un triorganochlorosilane ou de tétrachlorure de silicium ou d'un ester silicique, de manière à avoir 1,9 à 2 groupes organiques par atome de silicium. Ces groupes peuvent être choisis parmi les radicaux alcoyle tels que méthyle, éthyle, propyle; les radicaux alcoyle halogénés tels que trifluoro-3,3,3 propyle; trifluoro-4,4,4 butyle; les radicaux cyanoalcoyle comme β -cyanoéthyle et γ -cyanopropyle; le radical vinyle; le radical phényle halogéné ou non. La viscosité des organopolysiloxanes liquides de départ varie généralement entre 3 à 1000 centipoises à 25° C; quant à la quantité de dérivé oxygéné du bore, qui peut être définie par son poids en bore, elle est généralement d'un atome-gramme de bore pour 500 à 1500 g d'organopolysiloxane liquide. La température à laquelle s'effectue la réaction du dérivé du bore avec l'organopolysiloxane liquide se situe généralement entre 150 et 250° C et la durée du chauffage est de l'ordre de 3 à 20 heures. La quantité de gomme rebondissante employée peut varier entre 4 et 12 parties en poids pour 100 parties de gomme diorganopolysiloxanique de formule (I). Cette gomme rebondissante est le facteur qui assure l'auto-adhérence des élastomères obtenus à partir des compositions selon l'invention.

La structure cellulaire des élastomères qui découlent des compositions de l'invention est provoquée par le dégagement d'un gaz inerte, principalement de l'azote, au sein des compositions pendant la période de réticulation. Pour ce faire, on incorpore aux compositions un ou plusieurs agents porogènes, par exemple le N,N'-dinitroso-N,N'-diméthyltéréphthalamide, la dinitrosopentaméthylènetétramine et l'azobis-isobutyronitrile; 0,5 à 10 parties en poids d'agent pour 100 parties de gomme de formule (I) conviennent bien.

Les charges peuvent être choisies parmi les silices de combustion à grande surface spécifique, les silices de précipitation également à grande surface spécifique et les noirs de carbone renforçant les plus divers tels que ceux conducteurs de l'électricité. Il est particulièrement approprié, pour améliorer le pouvoir renforçant des silices, de les traiter par un organopolysiloxane tel que l'octaméthylcyclotétrasiloxane. Le diamètre moyen des particules constituant les charges est de l'ordre de quelques $m\mu$ ou de quelques dizaines de $m\mu$. La quantité de charge utilisée dépend de la nature de ces charges et de la dureté recherchée pour les élastomères; en général, on utilise 20 à 90 parties de charges pour 100 parties de gomme diorganopolysiloxanique de formule (I).

La réticulation des compositions peut s'effectuer sous l'action d'un peroxyde organique ou d'un mélange de peroxydes organiques. Comme exemples de tels produits on peut citer le peroxyde de cumyle, le peroxyde de benzoyle, le perbenzoate de tertiobutyle, le peroxyde de dichloro-2,4 benzoyle, le peroxyde de ditertiobutyle et le percarbonate de 0,0.tertiobutyle et d'0.isopropyle. Des quantités allant de 1 à 6 parties pour 100 parties de gomme diorganopolysiloxanique de formule (I) permettent une réticulation efficace.

Pour éviter le durcissement des compositions lors du stockage, il est souhaitable de leur ajouter un ou plusieurs composés organosiliciques jouant le rôle de plastifiant; comme exemples de tels composés, on peut citer le (tétraméthyléthylèneedioxy)diméthylsilano, le diphenylsilanodiol, les huiles hydroxylées ou alcoxy-lées; d'autres composés utilisables sont cités dans les brevets français 1 111 969 et 1 161 094 et américain 2 890 188. La quantité de plastifiant ne dépasse généralement pas 5 parties pour 100 parties de la gomme de formule (I).

Pour préparer ces compositions, les divers composants qui viennent d'être énumérés seront intimement mélangés à l'aide des dispositifs habituels de l'industrie du caoutchouc. En particulier, on peut d'abord disperser d'une façon homogène les charges, les agents plastifiants et porogènes et des adjuvants tels que des pigments, antioxydants et stabilisants dans la gomme diorganopolysiloxanique de formule (I). On ajoute ensuite, en utilisant par exemple un mélangeur à deux cylindres, le mastic rebondissant, de préférence en chauffant le mélange vers 80-100° C; lorsque le mastic rebondissant est totalement incorporé on peut abandonner le mélange à la température ambiante et n'ajouter le peroxyde organique qu'au moment de son utilisation ou bien ajouter immédiatement le peroxyde organique. Quoi qu'il en soit du processus adopté, les compositions catalysées peuvent être transformées par extrusion et calandrage en feuilles, rubans, bandes et profilés. Les divers articles durcissent finalement en élastomères par simple chauffage à l'air libre à des températures pouvant s'échelonner de 150° à 280° C.

La durée du chauffage varie avec la température, elle est généralement de plusieurs minutes vers 150° C et de quelques dizaines de secondes vers 280° C.

Pendant ce chauffage simultanément les compositions durcissent et l'agent porogène se décompose en libérant un gaz inerte à l'intérieur de l'élastomère. Il en résulte des élastomères organosiliciques auto-adhérents et microcellulaires.

Les applications de ces élastomères fusibles et cellulaires sont multiples et intéressantes. En électricité, ils peuvent servir à isoler des conducteurs par simple enroulement autour de ces derniers sous forme de rubans adhésifs. En dehors du domaine électrique, ils peuvent être utilisés pour colmater les fuites des tubulures et conduites transportant de l'eau telles que les canalisations d'appareils sanitaires, de radiateurs et de chaudières. Dans ces deux types d'applications, on obtient avec ces produits, sitôt l'enroulement terminé, une gaine continue, qui élimine tout risque de déroulement à la suite de chocs ou de trépidations.

En outre, ils peuvent servir à fixer des éléments d'une nature quelconque, métallique par exemple, sur les élastomères silicones, comme des poignées, des bandes, des motifs ornementaux. Une application remarquable est la fixation d'électrodes conductrices sur des élastomères organosiliciques qui renferment comme charge un noir conducteur d'électricité, dans le but de réaliser des éléments chauffants par exemple tels que décrits dans les brevets français 1 344 405 ou 1 436 366.

Pour fixer les électrodes on les place tout le long de deux bords opposés d'une plaque, d'une bande ou d'un ruban en élastomère conducteur et on pose sur toute leur longueur un ruban cellulaire auto-adhérent provenant du durcissement des compositions de l'invention, de largeur supérieure à celle des électrodes que l'on colle sur l'élastomère conducteur par simple pression manuelle. Cette technique remplace avantageusement les collages, agrafages et coutures utilisés actuellement qui, en particulier, exigent beaucoup de temps et ne donnent pas toujours des résultats satisfaisants.

Les élastomères cellulaires et fusibles peuvent encore être employés comme plaques et rubans collants pour assembler entre eux des élastomères organosiliciques de même nature ou de nature différente; cette application rend de grands services lorsque les élastomères organosiliciques jouant le rôle de revêtements protecteurs de pièces et dispositifs fragiles tels qu'électroniques ont besoin d'être renforcés par suite de craquelures ou d'une augmentation des coefficients de sécurité.

Les exemples suivants illustrent l'invention et montrent comment elle peut être mise en pratique.

Exemple 1

On prépare une composition homogène A1 en malaxant au moyen d'un mélangeur à deux cylindres, les ingrédients ci-après:

- gomme diméthylpolysiloxanique à groupes hydroxyles terminaux renfermant 0,20 % en poids de motifs méthylvinylsiloxy, de viscosité 18×10^6 cPo à 25° C 100 g

- silice de combustion à grande surface spécifique traitée par de l'octaméthylcyclotétrasiloxane 36 g
- gomme méthylpolysiloxanique «rebondissante» préparée comme décrit ci-après 6,8 g
- huile α, ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique (13 % en poids de groupes hydroxyles, viscosité 40 centipoises à 25° C) 1,35 g
- pâte formée de N,N'-dinitroso-N,N'-diméthyltéréphthalamide et d'une huile α, ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 100 000 centipoises à 25° C, dans le rapport 50/50 11 g
- perbenzoate de tertiobutyle 1,17 g
- pâte formée de peroxyde de benzoyle et d'une huile α, ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 1000 centipoises à 25° C, dans le rapport 50/50 1,17 g

La composition est extrudée en un ruban RA1 qui peut ensuite être vulcanisé par passage pendant 75 secondes dans un four porté à une température moyenne de 180-220° C. Le ruban ainsi obtenu se présentera sous la forme d'une matière microcellulaire de 28 mm de large et 0,5 mm d'épaisseur. Lorsqu'on l'enroulera à demi-recouvrement autour d'une barre conductrice en cuivre, on constatera qu'immédiatement les couches se soudent pour former un revêtement uniforme, isolant et cellulaire.

Si on a effectué le même enroulement en utilisant un ruban RB1 provenant d'une composition B1 semblable en tous points à la précédente, sauf qu'elle ne contient pas les 11 g de pâte renfermant le N,N'-dinitroso-N,N'-diméthyltéréphthalamide, on remarque qu'il faudra attendre au moins 2 heures avant d'obtenir un revêtement uniforme formant un tout homogène sans trace d'enroulement.

D'autre part, on a préparé trois élastomères de type connu par durcissement à l'air ambiant des compositions ci-après:

Composition K - (composition organopolysiloxanique vulcanisable à température ambiante après addition d'un catalyseur).

- huile α, ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique de viscosité 5000 centipoises à 25° C renfermant 0,2 % en poids de groupes hydroxyles 100 g
- oxyde de fer 65 g
- silice de diatomées 25 g
- polysilicate d'éthyle titrant 40 % en poids de SiO₂ 3 g

- produit de réaction du dilaurate de dibutylétain avec l'orthotitanate de butyle, mélangés dans le rapport pondéral 100/27, par chauffage pendant 3 heures à 120° C

1 g

Après abandon 24 heures à température ambiante (20° C) cette composition se durcit en un élastomère.

Composition L – (composition organopolysiloxanique vulcanisable en élastomère à température ambiante après addition d'un catalyseur).

- huile α, ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique de viscosité 5000 centipoises à 25° C renfermant 0,2 % en poids de groupes hydroxyles

100 g

- carbonate de calcium finement divisé

40 g

- polysilicate d'éthyle titrant 40 % en poids de SiO₂

3 g

- produit de réaction du dilaurate de dibutylétain avec l'orthotitanate de butyle, mélangés dans le rapport pondéral 100/27, par chauffage 3 heures à 120° C

1 g

Après abandon pendant 24 heures à température ambiante (20° C) cette composition se durcit en un élastomère.

Composition M – (composition organopolysiloxanique stable au stockage à l'abri de l'humidité et vulcanisant en élastomère dès la température ambiante sous l'action de l'eau à l'état liquide ou vapeur).

- huile α, ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique de viscosité 20 000 centipoises à 20° C renfermant 0,1 % en poids de groupes hydroxyles

100 g

- silice de combustion à grande surface spécifique

5 g

- silice de diatomées

25 g

- méthyltriacétoxysilane

4 g

Cette composition se transforme en un élastomère par abandon 48 heures à l'air ambiant (température 20° C).

Sur la surface de chacun de ces élastomères on a placé les rubans RA1 et RB1 (pour comparaison) et les a fait adhérer en leur appliquant pendant 30 secondes une pression de 5 bars. A l'aide d'un dynamomètre on a mesuré ensuite la force nécessaire, exprimée en kg/cm, pour décoller les rubans. Les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant:

	Force de décollement kg/cm sur élastomère K	sur élastomère L	sur élastomère M
Ruban RA1	0,250	0,145	0,290
Ruban RB1	0,120	0,090	0,090

Comme on le voit le ruban A a un pouvoir adhérent sur élastomère organopolysiloxanique nettement supérieur à celui du ruban B.

Le mastic rebondissant avait été préparé à partir des produits suivants:

- diméthylpolysiloxane provenant de l'hydrolyse en milieu étheré d'un mélange de diméthylchlorosilane et de méthyltrichlorosilane, respectivement dans le rapport molaire 99/1

156,5 g

- acide borique

11,6 g

- chlorure ferrique anhydre

0,33 g

Ces réactifs sont portés progressivement à une température avoisinant 200° C, puis maintenus à cette température pendant une dizaine d'heures pour éliminer environ 10% en poids de produits volatils.

Exemple 2

On prépare 3 compositions A2, A3, A4 semblables à celle de l'exemple 1, sauf qu'elles renferment respectivement 2-5 et 8 g (au lieu de 11 g) de la pâte formée de N,N'-dinitroso N,N'-diméthyltéraphthalamide et d'une huile α, ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 100 000 centipoises à 25° C, dans le rapport 50/50.

En suivant le processus indiqué à l'exemple 1 on a fabriqué, à partir de ces trois compositions, des rubans microcellulaires auto-adhérents RA2, RA3, RA4 que l'on a appliqué sur l'élastomère M utilisé à l'exemple 1 et mesuré à l'aide d'un dynamomètre la force nécessaire, exprimée en kg/cm, pour décoller les rubans. On a trouvé pour le ruban RA2: 0,130 kg/cm, pour le ruban RA3: 0,160 kg/cm et pour le ruban RA4: 0,200 kg/cm.

Ces valeurs sont également supérieures à celle établie à l'exemple 1 avec le ruban RB1.

Exemple 3

On prépare une composition A5 en malaxant, au moyen d'un mélangeur à deux cylindres, les ingrédients ci-après:

- gomme diméthylpolysiloxanique à radicaux triméthylsiloxy terminaux renfermant 0,23 % en poids de motifs méthylvinylsiloxy, de viscosité 25×10^4 cPo à 25° C

100 g

- noir d'acétylène de surface spécifique 80 m²/g dont le diamètre moyen des particules est de 27 μ 50 g
- gomme méthylpolysiloxanique «rebondissante» utilisée à l'exemple 1 7,5 g
- pâte formée de N,N'-dinitroso N,N'-diméthyltéréphtalamide et d'une huile α,ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 100 000 centipoises à 25° C, dans le rapport 50/50 12 g
- peroxyde de cumyle 4,25 g

A partir de cette composition on a préparé, en suivant la technique décrite à l'exemple 1, un ruban RA5 microcellulaire auto-adhérent conducteur de 0,5 mm d'épaisseur et 28 mm de large. Ce ruban enroulé à demi-recouvrement autour d'une barre de nature quelconque se soudera sur lui-même instantanément pour former une masse uniforme dans laquelle on n'aperçoit plus les enroulements initiaux.

Si on élimine les 12 g de pâte renfermant le N,N'-dinitroso-N,N'-diméthyl-téréphtalamide, le ruban RB5 dérivant de cette nouvelle composition ne se soudera sur lui-même qu'au bout de 2 heures environ.

On a appliqué chacun des rubans RA5 et RB5 sur la surface des élastomères K, L et M ainsi que sur un élastomère N obtenu après vulcanisation à chaud (10 mn à 150°C sous 50 bars puis 16 heures en étuve ventilée à 250° C) d'une composition renfermant:

- gomme diméthylpolysiloxanique à radicaux hydroxyles terminaux (0,20 % en poids de motifs méthylvinylsiloxy; viscosité à 25° C: 18×10^6 cPo) 100 g
- silice de combustion à grande surface spécifique traitée par de l'octaméthylcyclotétrasiloxane 50 g
- huile α,ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique (13 % en poids de groupes hydroxyles, viscosité 40 centipoises à 25° C) 1,35 g
- pâte formée de peroxyde de dichloro-2,4 benzyle et d'une huile α,ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique (viscosité 1000 centipoises à 25° C) dans le rapport 50/50 1,9 g

Les mesures des forces de décollement sont consignées dans le tableau suivant:

	Force de décollement kg/cm			
	Elastomère K	Elastomère L	Elastomère M	Elastomère N
Ruban RA5	0,220	0,150	0,215	0,450
Ruban RB5	0,150	0,080	0,165	0,315

On a constaté que l'adhérence montrée par le ruban RA5 est dans tous les cas supérieure à celle montrée par le ruban RB5.

Exemple 4

A - Du tissu de verre désensimé du type «satin», pesant 87 g/m² et se présentant sous forme d'un ruban de 25 cm de large et 0,08 mm d'épaisseur, a été imprégné par trempé dans un bain comprenant:

- gomme diméthylpolysiloxanique renfermant 0,23 % en poids de motifs méthylvinylsiloxy utilisée à l'exemple 3 100 g
- silice de combustion à grande surface spécifique traitée par de l'octaméthylcyclotétrasiloxane 28 g
- huile α,ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique (13 % en poids de groupes hydroxyles, viscosité 40 centipoises à 25° C) 5,5 g
- tri(méthoxy-2 éthoxy)vinylsilane 6,7 g
- pâte formée de peroxyde de dichloro-2,4 benzoyle et d'une huile α,ω -bis(triméthylsiloxy)diméthylpolysiloxanique de viscosité 1000 centipoises à 25° C, dans le rapport 50/50 2,8 g
- toluène 756 g

Un ruban, après passage dans le bain, traversera un four vertical à l'intérieur duquel il subira deux chauffages successifs, l'un à 96° C pendant 5 mn, l'autre à 155° C également pendant 5 mn. La couche d'élastomère silicone imprégnant le tissu de verre pèse 18 g/m² environ.

B - On a déposé par calandrage sur l'une des deux faces du ruban précédemment imprégné, une couche d'une composition organopolysiloxanique durcissable en élastomère, préparée par malaxage sur mélangeur à deux cylindres des ingrédients ci-dessous;

- gomme diméthylpolysiloxanique, renfermant 0,23 % en poids de motifs méthylvinylsiloxy, utilisée à l'exemple 3 100 g
- noir d'acétylène de surface spécifique 80m²/g dont le diamètre moyen des particules est de 27 μ 70 g
- peroxyde de cumyle 4,25 g

Par passage pendant 35 secondes environ du ruban ainsi enduit dans un four porté à une température de 260-280° C, la composition a été durcie en un élastomère conducteur déposé uniformément, adhérent bien au tissu de verre et pesant 171 g/m². L'épaisseur totale du ruban est finalement de 0,25 mm et son poids de 276 g/m².

C - Dans le ruban recouvert de l'élastomère conducteur on a découpé une portion rectangulaire sur laquelle on a placé, le long de deux bords opposés, sur la face enduite d'élastomère conducteur, deux électrodes en cuivre ayant une largeur de 5 mm et une épaisseur de 0,1 mm. Ces deux électrodes espacées de 145 mm déterminent un élément chauffant rectangulaire de dimensions 170×145 mm. Pour les fixer, on a posé sur elles, sur toute leur longueur, le ruban RA5 auto-adhérent microcellulaire et conducteur, de 28 mm de large, décrit à l'exemple 3 et on a collé ensuite sur l'élément chauffant, par simple pression manuelle, la partie du ruban qui débord de part et d'autre des électrodes. Ces dernières sont ainsi solidement emprisonnées entre le tissu chauffant et le ruban microcellulaire.

L'élément chauffant placé sous une tension de 50 volts laissera passer un courant de 0,13 ampère et sa température se maintiendra constamment vers 35° C lorsque la température ambiante est de 20° C environ.

On a réalisé un collage identique des électrodes avec le ruban auto-adhérent conducteur RB5 également décrit à l'exemple 3. Lorsqu'on a essayé de décoller le ruban RA5 il s'est déchiré dans sa masse et ne s'est enlevé que par petits fragments par grattage énergétique. Par contre, le ruban RB5 a pu être enlevé en totalité sans difficulté.

Exemple 5

Sur une plaque rectangulaire en béton, prétraitée au moyen d'une sous-couche d'adhérence usuelle, on a appliqué à l'aide d'un pinceau une dispersion d'une composition organosilicique vulcanisable à la température ambiante comprenant:

- | | |
|--|--------|
| - huile α,ω -dihydroxydiméthylpolysiloxanique de viscosité 500 centipoises à 25° C, titrant 0,35 % en poids de groupes hydroxyles | 100 g |
| - noir d'acétylène, de surface spécifique 190 m ² /g dont le diamètre moyen des particules est de 18 m μ | 30 g |
| - polysilicate d'éthyle titrant 40 % en poids de SiO ₂ | 5,8 g |
| - produit de réaction du dilaurate de dibutylétain avec l'orthotitanate de butyle, mélangés dans le rapport pondéral 100/27, par chauffage pendant 3 heures à 120° C | 1,5 g |
| - mélange d'hydrocarbures de points d'ébullition allant de 93 à 114° C, de densité à 15° C: 0,722 | 38,5 g |
| - mélange d'hydrocarbures de points d'ébullition allant de 148 à 189° C, de densité à 20° C: 0,775 | 38,5 |

Après séchage pendant 1 heure à l'air ambiant pour éliminer le solvant et abandon pendant 24 heures en un élastomère, la plaque s'est trouvée recouverte à 20° C pour permettre à la composition de se durcir

d'une couche d'élastomère organosilicique d'épaisseur moyenne 0,25 mm.

Sur la plaque ainsi enduite on a placé deux électrodes en cuivre de largeur 5 mm et d'épaisseur 0,1 mm et les a collé selon la technique exposée à l'exemple 4 au moyen du ruban conducteur auto-adhérent microcellulaire RA5.

Les deux électrodes, espacées de 500 mm, déterminent un élément chauffant rectangulaire de dimensions 500×250 mm. Cet élément chauffant, placé sous une tension de 110 volts, laissera passer un courant de 0,82 A.

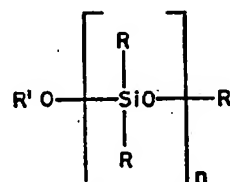
Au bout de 3 heures de mise sous tension de 110 volts, la température mesurée sur la surface en élastomère conducteur de cet élément chauffant, se maintiendra constamment vers 46° C, la température ambiante étant de 25° C.

Si on répète l'expérience dans les mêmes conditions mais en remplaçant la plaque de béton par une plaque de bois aggloméré, on a constaté que, sous une tension de 110 volts, l'élément chauffant laisse passer un courant de 0,5 A et, au bout de 3 heures, la température mesurée sur la surface en élastomère conducteur se stabilisera à 46° C (température ambiante 25° C).

REVENDEICATION

Procédé de préparation d'une composition organopolysiloxanique, caractérisé en ce que l'on mélange ensemble, en poids:

- a) 100 parties d'une gomme diorganopolysiloxanique de formule générale:



dans laquelle les symboles R, identiques ou différents, représentent des radicaux hydrocarbonés, monovalents, éventuellement substitués; les symboles R', identiques ou différents, représentent de l'hydrogène ou un radical Si(R)₃; n représente un nombre entier de 1000 à 20 000; en outre 60% au moins de la totalité des symboles R sont des radicaux méthyle et 0,03% à 2% sont des radicaux vinyle;

b) 4 à 12 parties d'une gomme organopolysiloxanique, sous la forme d'un mastic rebondissant, formée par mise en contact à chaud d'un dérivé oxygéné du bore avec un organopolysiloxane fluide de viscosité 3 à 1000 centipoises à 25° C, ayant 1,9 à 2 groupes organiques par atome de silicium, les proportions en présence étant d'un atome-gramme de bore contenu dans le dérivé oxygéné du bore pour 500 à 1500 g de l'organopolysiloxane liquide;

- c) 0,5 à 10 parties d'agents porogènes;

- d) 20 à 90 parties de charges;

- e) 1 à 6 parties de peroxydes organiques.

SOUS-REVENDEMENT
Procédé selon la revendication, caractérisé en ce

que l'on mélange en outre jusqu'à 5 parties d'agents
plastifiants.

Rhône-Poulenc S. A.
Mandataire: Dériaz, Kirker & Cie, Genève